# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-287413

(43) Date of publication of application: 31.10.1995

(51)Int.CI.

G03G 9/08 G03G 9/087

(21)Application number: 06-101612

(71)Applicant: TOMOEGAWA PAPER CO LTD

(22)Date of filing:

15.04.1994

(72)Inventor: KUBOTA HIDEYUKI

# (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC TONER

# (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a toner which can be fixed at a low fixing temp., does not cause any problems in practicable use in terms of non-offsetability and has excellent fixing strength to a transfer paper by containing specific weight % of specific paraffin wax into a total binder resin component.

CONSTITUTION: This toner contains the paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity by a differential scan calorimeter (DCS) exists at 75 to 85° at 1 to 20wt.% in the total binder resin component. The paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity exists at a temp. lower than 75° C is liable to adhere to a collision plate of a pulverizing machine, such as jet mill, at the time of pulverization in a production process of the electrophotographic toner by a melt kneading method. A good pulverizing property is not obtainable with such paraffin and a problem on production arises. Problems of a poor flow property and preservable stability arise as well when the paraffin wax is made into the electrophotographic toner. On the other hand, the paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity exists at a temp. higher than 85° C is insufficient in an effect of lowering the m. p. of the electrophotographic toner and, therefore, the sufficient fixing strength to the transfer paper is not obtainable when the toner is fixed at a low fixing temp.

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-287413

(43)公開日 平成7年(1995)10月31日

(51) Int.Cl.6

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

G 0 3 G 9/08

9/087

G 0 3 G 9/08

365

321

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平6-101612

(71)出願人 000153591

株式会社巴川製紙所

東京都中央区京橋1丁目5番15号

(22) 山顧日 平成6年(1994)4月15日

(72) 発明者 久保田 英之

静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社

巴川製紙所化成品事業部内

(74)代理人 弁理士 竹内 守

# (54) 【発明の名称】 電子写真用トナー

#### (57) 【要約】

【目的】 低い定着温度で定着することができ、非オフ セット性においても実用上なんら問題を発生せず、転写 紙への定着強度の優れた電子写真用トナーを提供するこ ٤.

【構成】 DSCによる吸収熱量のピーク位置が75~ 85℃に存在する石炭を原料としたパラフィンワックス を全結着樹脂成分中に1~20重量%含有する電子写真 用トナー。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 示差走盃熱量計 (DSC) による吸収熱 量のピーク位置が75~85℃に存在するパラフィンワ ックスを全結着樹脂成分中に1~20重量%含有するこ とを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項2】 前記パラフィンワックスが石炭を原料と したものであることを特徴とする請求項1記載の電子写 真用トナー。

【請求項3】 前記パラフィンワックスの25℃におけ る針入度が7以下であることを特徴とする請求項1記載 10 の電子写真用トナー。

#### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は電子写真用トナーに関 し、特に熱ロール定着を採用している複写機又はプリン ター用の電子写真用トナーに関する。

#### [0002]

【従来の技術】近年、電子写真方式を用いた複写機及び プリンターは、一般家庭等を含めてその普及が広まるに ともない、複写機又はプリンターの多機能化を主な目的 20 とした低エネルギー化(消費電力の削減)、印刷機と複 写機との境に位置するいわゆるグレイエリアへの普及を 目的とした高速化、あるいは機械コストを下げるための 定着ロールの簡素化のための低ロール圧力化が望まれて いる。また、複写機の高級化にともない両面コピー機能 や原稿自動送り装置の搭載された複写機が広く普及され てきたため、複写機及びプリンターに使用される電子写 真用トナーには定着温度が低く、耐オフセット性が優れ て、且つ両面コピー時の汚れや、原稿自動送り装置にお ける汚れの発生を防止するため転写紙への定着強度の優 30 れたものが要求されている。

【0003】上記の要求に対して従来技術では、結着樹 脂の分子量や分子量分布を改良したもの等の提案がなさ れている。具体的には、結着樹脂を低分子量化し、定着 温度を低くしようとする試みがなされていた。しかしな がら、低分子量化することにより融点は低下したが同時 に粘度も低下したため定着ロールへのオフセット現象が 発生する問題が生じていた。このオフセット現象を防ぐ ため、該結着樹脂の分子量分布の低分子量領域と高分子 量領域を広くする方法や、あるいは高分子部分を架橋さ 40 せたりすることが行なわれていた。しかしながら、この 方法においては定着性を充分に持たせるために、樹脂の ガラス転移温度を低くせざるを得ずトナーの保存性を損 なうことが避けられなかった。また、結着樹脂の低分子 部分を多くするとトナー自体が脆くなり両面コピー時の 汚れや、原稿自動送り装置における汚れが発生してい た。更にまた、上記オフセット現象を防ぐためポリオレ フィン系の雕型剤を含有させる方法も提案されている。 しかしながら、該離型剤を含有させるとトナーの融点が、

への十分な定着強度を得ることができないという問題が、 あった。

【0004】またトナー組成中にバインダー樹脂として ワックス類が使用されているが、従来から製造されてい る石油系パラフィンワックスは分子量が低く、示差走査 熱量計(DSC)による吸熱域が低温度に存在するため。 トナーとしての保存安定性に問題を及ぼしている。他方 石油系マイクロクリスクリンワックスは分子量が比較的 高く、融点が高めであるためトナーの融点を下げる効果 が無い。一部にはイソパラフィン、ナフテン、芳香族等 を含有するマイクロワックスがあるが低温度部での吸熱 が多く保存安定性に問題を生じていた。更にまた従来か ら製造されている石炭系パラフィンワックスのDSCに よる吸収熱量のピークが100℃前後に存在するためト ナーの融点を下げる効果が無い。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は低い定 着温度で定着することができ、非オフセット性において も実用上何等問題を発生せず、転写紙への定着強度の優 れた電子写真用トナーを提供することにある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、示差走査熱量 計(DSC)による吸収熱量のピーク位置が75~85 ℃に存在するパラフィンワックスを全結着樹脂成分中に 1~20重量%含有することを特徴とする電子写真用ト ナーである。

【0007】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の 電子写真用トナーに適用するパラフィンワックスは、示 差走査熱量計(以下DSCという)で吸収熱量を測定し た場合、吸収熱量のピーク位置が75~85℃に存在す るものでなければならない。この場合2つ以上のピーク があった場合全て75~85℃の範囲に存在することが 必要である。吸収熱量のピーク位置が75℃より低い温 度に有するものは溶融混練法による電子写真用トナーの 製造工程の粉砕時において、ジェットミル等の粉砕機の 衝突板にパラフィンワックスが付着しやすく、良好な粉 砕性が得られなく製造上問題がある。また、電子写真用 トナーとした時の流動性、保存安定性が悪いという問題 も生じる。一方、吸収熱量のピーク位置が85℃より高 い温度に有するものは、電子写真用トナーの融点を下げ る効果が十分でないので低い定着温度で定着した場合、 転写紙への十分な定着強度を得ることができない。本発 明に適用する上記パラフィンワックスは、石炭を原料と するものおよび石油を原料とするもののいずれも使用で きるが、中でも石炭を原料とするパラフィンワックスが トナー粒子の保存安定性の点で本発明に好適に使用され る。DSCによる吸収熱量のピーク位置が75~85℃ に存在する石炭を原料とするパラフィンワックスは、フ イッシャー・トロプシュ法により合成石油製造の際副生 高くなり、従って低い定着温度で定着した場合、転写紙 50 する蒸留成分を水素添加して不飽和炭化水素と酸素化合

物を除去したものであり、組成的には一般式C., Home (ただしπは30~60) で示される直鎖炭化水素を主 成分とし、具体例としては、サゾール社製の商品名C-80が挙げられる。

【0008】DSCの測定装置としては、例えばセイコ 一電子工業社製の示差走査熱量計SSC-5200が挙 げられる。測定条件としては、サゾールワックスC-8 Oを約10mg計量してDSCに載置し、1分間に50 ミリリットルのN² ガスを吹き込む。そして、20℃か ら150℃の間を1分間あたり10℃の割合で昇温さ せ、次に150℃から20℃に急冷させる過程を2回繰 り返してその時の吸収熱量を測定するものである。

【0009】前記パラフィンワックスの電子写真用トナ 一中の含有量は、電子写真用トナーを構成する結着樹脂 成分中に1~20重量%含有させることが必要である。 1重量%未満であると電子写真用トナーの融点を下げる 効果が少ないので低い定着温度で定着した場合、転写紙 への十分な定着強度を得にくく、20重量%より多いと 高温オフセットが発生しやすいので好ましくない。なお ィンワックスを加えたものをいう。DSCによる吸収熱 量のピーク位置が75~85℃に存在するパラフィンワ ックスは、従来から使用されているポリオレフィン系ワ ックスに比べて軟化点が低く、熱に対してシャープに融 解する特性があるため、電子写真用トナーに含有させた 場合、該トナーの軟化点を低下せしめ低温度の熱定着ロ ールでも十分に融解し、非オフセット性と定着強度に対 して優れた作用効果を有する。又、本発明で使用するパ ラフィンワックスは25℃における針入度(JISK2 235による)が7以下であることが好ましい。該針入 30 度が7以上であるとトナーの流動性、粉砕性の問題を生 じやすい。

【0010】次に本発明の電子写真用トナーを構成する パラフィンワックス以外の材料、すなわち結着樹脂、着 色剤等について説明する。本発明に使用される結着樹脂 としては、ポリスチレン樹脂、ポリアクリル酸エステル 樹脂、スチレンーアクリル酸エステル共重合体樹脂、ス チレンーメタクリル酸エステル共重合体樹脂、ポリ塩化 ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、フェノ\*

\*一ル樹脂、エボキシ樹脂、ボリエステル樹脂等が挙げら れる。本発明に使用される着色剤としては、カーボンブ ラック、ニグロシン染料、アニリンブルー、カルコオイ ルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリンブルー、デ ュポンオイルレッド、キノリンイエロー、メチレンブル ークロライド、フタロシアニンブルー、マラカイトグリ ーンオクサレートおよびこれらの混合物、その他を挙げ ることができる。これらの着色剤は、十分な濃度の可視 像が形成されるに十分な割合で含有されることが必要で 10 あり、通常結着樹脂100重量部に対して1~20重量 部程度の割合とされる。

【0011】本発明の電子写真用トナーは、前記の如き パラフィンワックス、結着樹脂及び着色剤に、その他の トナー成分例えば電荷制御剤、離型剤、磁性体等を適宜 分散含有せしめてなる粒子であり、その平均粒子径は5 ~20 µ mの範囲である。また、このようにして得られ る粒子にシリカ微粉体等よりなる流動性向上剤を添加混 合して電子写真用トナーを構成してもよい。

【0012】本発明の電子写真用トナーは、鉄粉、フェ 本発明でいう結着樹脂成分とは、結着樹脂と前記パラフ 20 ライト、造粒マグネタイト等より成るキャリアと混合さ れて二成分現像剤として使用してもよいし、磁性体が含 有されるときはキャリアと混合することなくそのまま磁 性もしくは非磁性の一成分現像剤として静電荷像の現像 に使用してもよい。

#### [0013]

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を説明する。な お、実施例において「部」とは「重量部」を示す。 実施例1

重量平均分子量 9×10<sup>5</sup> 及び数平均分子量 3.9×1 0<sup>5</sup> のスチレン-アクリル酸ブチル共重合体(A) 15 部と重量平均分子量8×10°及び数平均分子量2.7 ×10°のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体(B) 85部とを混合し、ゲルパーミュエイションクロマトグ ラフィー(GPC)によって測定されるクロマトグラム において分子量7. 5×10<sup>5</sup> と4. 5×10<sup>3</sup> にピー ク位置を有するスチレンーアクリル共重合体樹脂を得 た。

[0014]

-上記スチレン-アクリル系共重合体樹脂

98.5部 1.5部

クロム含金属染料

(オリエント化学工業社製 商品名:ボントロンS-34)

カーボンブラック

6.5部

(三菱化成社製 商品名:MA-100)

石炭を原料とするパラフィンワックス

1.5部

(サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の

-ピークが位置する温度:83℃、針入度6)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合。 し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉砕 μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シ リカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53

し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10~50~0)0.4部とをハンシェルミキサー内で1分間撹拌。

し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ木発明の電 \*【0015】寒施例2 子写真用トナーを得た。

-実施例1のスチレン-アクリル系共重合体樹脂

95部

クロム含金属染料

1.5部

(オリエント化学工業社製 商品名:ポントロンS-34)

カーポンプラック

6. 5部

(三菱化成社製 商品名:MA-100)

石炭を原料とするパラフィンワックス

5部

(サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の

-ピークが位置する温度:83℃、針入度6)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合 し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉砕 し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10 μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シ リカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53※

※0) 0. 4部とをヘンシェルミキサー内で1分間撹拌 し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電 - 子写真用トナーを得た。

【0016】実施例3

-実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂

90部 1. 5部

クロム含金属染料

(オリエント化学工業社製 商品名:ボントロンS-34)

カーポンプラック

6. 5部

(三菱化成社製 商品名:MA-100)

石炭を原料とするパラフィンワックス

10部

(サゾール社製 商品名: C-80、DSCによる吸収熱量の

-ピークが位置する温度:83℃、針入度6)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合 し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉砕 し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10 μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シ リカ (キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53★

★0) 0. 4部とをヘンシェルミキサー内で1分間撹拌 し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電 子写真用トナーを得た。

【0017】実施例4

-実施例1のスチレン-アクリル系共重合体樹脂

85部

クロム含金属染料

1. 5部

(オリエント化学工業社製 商品名:ポントロンS-34)

カーポンプラック

6.5部

(三菱化成社製 商品名:MA-100)

石炭を原料とするパラフィンワックス

15部

(サゾール社製 商品名: C-80、DSCによる吸収熱量の

-ピークが位置する温度:83℃、針入度6)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合 ☆ 0) 0. 4部とをヘンシェルミキサー内で1分間撹拌 し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉砕 し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10

し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電 子写真用トナーを得た。

μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シ 40 【0018】実施例5

リカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53☆

-実施例1のスチレン-アクリル系共重合体樹脂

80部 1.5部

クロム含金属染料

(オリエント化学工業社製 商品名:ポントロンS-34)

カーポンプラック

6. 5部

(三菱化成社製 商品名:MA-100)

石炭を原料とするパラフィンワックス

20部

(サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の

-ピークが位置する温度:83℃、針入度6)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合。「50」し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉砕

し、その後乾武気流分級機で分級して平均粒子径が10 μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シ リカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53 0) 0. 1部とをヘンシェルミキサー内で1分間撹拌 し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電 子写真用トナーを得た。

#### 【0019】比較例1

石炭を原料とするパラフィンワックスを混合させない以 外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナー を得た。

#### 【0020】比較例2

石炭を原料とするパラフィンワックスの代わりに市販の ポリプロピレンワックス (三井石油化学工業社製 商品 名:NP-105、DSCによる吸収熱量のピークが位 置する温度:140℃、針入度1)を10部混合させた 以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナ ーを得た。

#### 【0021】比較例3

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わり ル社製 商品名:H1、DSCによる吸収熱量のピーク が位置する温度:85、105℃の2ピーク、針入度 1)を10部混合させた以外は、実施例1と同様にして 比較用の電子写真用トナーを得た。

#### 【0022】比較例4

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わり に石油を原料とする従来のパラフィンワックス(日本精 蝋社製 商品名:HNP-3、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:65℃、針入度6)を10部混 合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写 30 真用トナーを得た。

# 【0023】比較例5

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80(サゾー ル社製、DSCによる吸収熱量のピークが位置する温 度:83℃、針入度6)を0.5部、実施例1のスチレ ンーアクリル系共重合体樹脂99.5部を混合させた以 外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナー を得た。

# 【0024】比較例6

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80(サゾー 40 ル社製、DSCによる吸収熱量のピークが位置する温 度:83℃、針入度6)を25部、実施例1のスチレン

- アクリル系共重合体樹脂75部を混合させた以外は、 実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得

8

【0025】次に前記実施例及び比較例について下記の 項目の試験を行なった。

#### (1) 非オフセット温度領域

まず、前記実施例及び比較例で得た各電子写真用トナー 4部と樹脂被覆を施してないフェライトキャリア (パウ ダーテック社製 商品名:FL-1020) 96部とを 10 混合して二成分系現像剂を作製した。次に該現像剤を使 用して市販の複写機(シャープ社製 商品名:SF-9 800) にてA4の転写紙に縦2cm、横5cmの帯状 の未定着画像を複数作製した。次に、表層がデュポン社 製コフッ化エチレン樹脂商品名テフロンで形成された熱 定着ロールと、表層がシリコーンゴムで形成された圧力 定着ロールが対になって回転する定着機をロール圧力が 5Kg/cm²及びロールスピードが100mm/se cになるように調節し、該熱定着ロールの表面温度を段 階的に変化させて、各表面温度において上記未定着画像 に石炭を原料とする従来のパラフィンワックス(サゾー 20 を有した転写紙のトナー像の定着を行なった。この時余 白部分にトナー汚れが生じるか否かの観察を行ない、汚 れが生じない温度領域を非オフセット温度領域とした。 また、非オフセット温度領域の最大値と最小値の差を非 オフセット温度幅とした。

#### 【0026】(2)定着強度

前記定着機の熱定着ロールの表面温度を130℃及び1 50℃に設定し、前記未定着画像が形成された転写紙の トナー像の定着を行なった。そして、形成された定着画 像に対して綿パッドによる摺擦を施し、下記式によって 定着強度を算出し低エネルギー定着性の指標とした。画 像濃度はマクベス社製の反射濃度計RD-914を使用 した。

定着強度(%)=摺擦後の定着画像の画像濃度/摺擦前 の定着画像の画像濃度×100

#### 【0027】(3)保存安定性

前記実施例1~5、比較例1~7で得られたトナーの保 存安定性の評価を実施した。評価は150ccボトルに トナーを20g充填し、50℃の恒温槽中で24時間放 置した後、トナーのケーキング状態を目視により確認し た。上記項目の試験結果を表1に示す。

[0028]

【表1】

非オフセット 温度領域 非オフセット 温度幅 定着強度 保存安定性 130°C 150°C 実施例1 125~185 60 70 83 問題なし 2 120~185 65 72 88 3 120~185 65 73 90 75 4 115~180 65 91 5 115~175 60 78 92 比較例1 58 130~170 40 70 問題なし 130~200 2 70 60 71 3 130~190 62 73 60 120~150 30 72 融着して塊発生 4 88 5 130~175 45 63 75 問題なし 6 115~140 25 80 ソフルケーキンク発生

【0029】表1の試験結果から明らかなように、本発 から高温度までオフセットが発生せず、その温度幅も6 0℃以上という実用上十分な範囲を維持していることが 確認された。また、定着温度130℃における定着強度 が70%以上あり実用上十分な定着強度を有することが 確認された。これに対して、比較例1~3、5は定着温 度130℃における定着強度が65%以下という低いも のであることが確認された。比較例6は高温側非オフセ\*

9

\*ット温度が低下し非オフセット温度幅が25℃と非実用 明の電子写真用トナーの非オフセット温度領域は低温度 20 的であった。比較例4は粉砕時にジェットミルの衝突板 にトナーが付着する問題が発生し回収率45%以下と低 収率であった。また、実施例1~3の各現像剤を使用し て市販の複写機 (東芝社製 商品名: BD-3801) で5000枚までの連続コピー試験を行なった。その結 果は表2に示すとおりである。

10

[0030]

【表2】

			24	_		
	帯電量 (μc/g)		画像濃度		カブリ	
	初期	5000枚	初期	5000妆	初期	5000枚
実施例 1	· 24. 5	-25. 8	1. 42	1.40	0.46	0. 53
2	23.7	-24.1	1. 41	1.41	0. 52	0. 68
3	-24.8	-25. 2	1. 43	1.42	0.48	0.61

【0031】実施例1~実施例3の全てにおいて、摩擦 帯電量が初期から5000枚までの間を-23μm/g から-26μm/gの値で推移し、画像濃度も初期から 5000枚までの間を1.40から1.43までの値を 40 推移するもので実用上問題のないことが確認された。な お、コピーした原稿は黒色部が6%のA4のものであ り、摩擦帯電量は東芝ケミカル社製のプローオフ摩擦帯 電量測定装置を使用し、画像濃度はマクバス社製の反射

濃度計RD-914を、かぶりは日本電色社製色差計Z -1001DPを使用した。

[0032]

【発明の効果】本発明の電子写真用トナーは、十分な非 オフセット温度領域を維持し低い温度で定着することが でき、かつ定着強度に優れていると共に十分な画像濃度 を多数枚得ることができるという効果を奏する。

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載 【部門区分】第6部門第2区分 【発行日】平成9年(1997)5月20日

【公開番号】特開平7-287413

【公開日】平成7年(1995)10月31日

【年通号数】公開特許公報7-2875

【出願番号】特願平6-101612

【国際特許分類第6版】

G03G 9/08

9/087

[FI]

G03G 9/08 365 7132-20

> 321 7132-2C

#### 【手続補正書】

【提出日】平成8年6月26日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】DSCの測定装置としては、例えばセイコ 一電子工業社製の示差走査熱量計SSC-5200が挙 げられる。測定条件としては、サゾールワックスC-8 Oを約10mg計量してDSCに載置し、1分間に50 ミリリットルのNaガスを吹き込む。そして、20℃か ら150℃の間を1分間あたり10℃の割合で昇温さ せ、次に150℃から20℃に急冷させる過程を2回繰 り返してその時の吸収熱量を測定するものである。

# 【手続補正2】

【補正対象魯類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正内容】

[0013]

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を説明する。な お、実施例において「部」とは「重量部」を示す。

# 実施例1

重量平均分子量9×10<sup>5</sup>及び数平均分子量3.9×1 ○5のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体(A) 15 部と重量平均分子量8×10°及び数平均分子量2.7 ×10°のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体(B) 85部とを混合し、ゲルパーミュエイションクロマトグ ラフィー (GPC) によって測定されるクロマトグラム において分子量7.5×105と4.5×103にピー ク位置を有するスチレンーアクリル<u>系</u>共重合体樹脂を得 た。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】〇〇2〇

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】比較例2

石炭を原料とするパラフィンワックスの代わりに市販の ポリプロピレンワックス (三井石油化学工業社製 商品 名:NP-105、DSCによる吸収熱量のピークが位 置する温度:140℃、針入度1)を10部混合させた 以外は、実施例3と同様にして比較用の電子写真用トナ ーを得た。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】比較例3

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わり に石炭を原料とする従来のパラフィンワックス(サゾー ル社製 商品名:H1、DSCによる吸収熱量のピーク が位置する温度:85,105℃の2ピーク、針入度 1)を10部混合させた以外は、実施例3と同様にして 比較用の電子写真用トナーを得た。

### 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0022

【補正方法】変更

【補正内容】

【0022】比較例4

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わり に石油を原料とする従来のパラフィンワックス (日本精 蝋社製 商品名:HNP-3、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:65℃)針入度6)を10部混 合させた以外は、実施例3と同様にして比較用の電子写 真用トナーを得た。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】(3)保存安定性

前記実施例1~5、比較例1~<u>6</u>で得られたトナーの保存安定性の評価を実施した。評価は150ccボトルにトナーを20g充填し、50℃の恒温槽中で24時間放置した後、トナーのケーキング状態を目視により確認した。上記項目の試験結果を表1に示す。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】実施例1~実施例3の全てにおいて、摩擦 帯電量が初期から5000枚までの間を $-23\mu\,\mathrm{m/g}$  から $-26\mu\,\mathrm{m/g}$  の値で推移し、画像濃度も初期から5000枚までの間を1.40から1.43までの値を推移するもので実用上問題のないことが確認された。なお、コピーした原稿は黒色部が6%のA4のものであり、摩擦帯電量は東芝ケミカル社製のブローオフ摩擦帯電量測定装置を使用し、画像濃度はマクベス社製の反射 濃度計RD-914を、カブリは日本電色工業社製色差計2-1001DPを使用した。